

УДК 543:542.1

ОПЫТ РАБОТЫ ЦЕНТРАЛЬНОЙ БАЗОВОЙ ЛАБОРАТОРИИ СЦБПО БНО НА ПРИБОРАХ ФИРМЫ LECO

Т.М.Никитенко, О.Н.Пупышева
ЦБЛ СЦБПО БНО ОАО "Сургутнефтегаз"
626400, Сургут Тюменской обл., Промзона

Описаны результаты практического использования в условиях производственной лаборатории спектрометра с тлеющим разрядом GDS-400A, анализатора углерода и серы CS-400, универсального твердомера ДТ-751. Отмечены хорошие аналитические возможности указанных приборов.

Основной задачей Сургутской центральной базы производственного обслуживания по прокату и ремонту бурового и нефтепромыслового оборудования (СЦБПО БНО) является централизованный ремонт технологического оборудования буровых и нефтедобывающих предприятий ОАО "Сургутнефтегаз" - одного из крупнейших нефтегазодобывающих предприятий России.

В процессе ремонта нефтепромыслового и бурового оборудования возникает необходимость не только восстанавливать изношенные детали оборудования, но также и изготавливать их вновь, а это требует как входного контроля исходных материалов, так и контроля качества готового изделия. Для снятия проблем по закупке ряда запасных частей наше предприятие имеет литейный цех. Годовой объем продукции, выпускаемой литейным цехом, составляет 300 тонн. Ежедневно проходит выпуск 12-13 плавок. В качестве основного сырья используются деловые отходы, лом, поэтому не обойтись и без анализа химического состава шихты. Специалисты лаборатории помогают и в отработке технологических процессов литья алюминия, сплавов на основе олова, меди.

Никитенко Татьяна Михайловна – инженер центральной базовой лаборатории Сургутской центральной базы производственного обслуживания по ремонту и прокату бурового и нефтепромыслового оборудования ОАО "Сургутнефтегаз".

Пупышева Ольга Николаевна – начальник центральной базовой лаборатории Сургутской центральной базы производственного обслуживания по ремонту и прокату бурового и нефтепромыслового оборудования ОАО "Сургутнефтегаз".

В стабильном качестве выпускаемой продукции есть значительный вклад и центральной базовой лаборатории. Поэтому на предприятии принят курс на внедрение в испытательных лабораториях новых современных высокопроизводительных приборов.

Исходя из аналитических задач, стоящих перед лабораторией (табл. 1), мы остановили свой выбор на приборах фирмы LECO.

За 25 лет работы коллективом лаборатории пройден путь от рутинных методов "мокрой" химии до современных методов анализа с использованием современного оборудования. Определение химического состава стального и чугунного литья, проката, алюминиевого литья относится к основному контролируемому параметру. На долю спектральных методов контроля приходится около 80 % определений. С целью повышения точности и экспрессности анализа, выполнения аналитической задачи в полном объеме приобретено лабораторное оборудование фирмы LECO. Это атомно-эмиссионный спектрометр тлеющего разряда GDS-400A, анализатор углерода и серы CS-400, отрезной станок CM-15, универсальный твердомер DT-751.

Таблица 1

Аналитическая задача ЦБЛ СЦБПО БНО

№ п/п	Элемент	Символ	Сталь	Чугун	Алюминиевые сплавы	Бронзы	Латуни	Баббиты
1	Углерод	C	0,05-1,35	2,14-4,5	---	—	—	—
2	Марганец	Mn	0,2-7,0	0,01-2,5	0,01-0,1	0,01-4,0	—	—
3	Хром	Cr	0,01-28,0	0,01-3,0	---	—	—	—
4	Никель	Ni	0,07-25,0	0,01-2,0	0,01-0,6	0,01-3,0	0,1-0,3	0,1-1,25
5	Кремний	Si	0,01-1,1	1,0-3,0	0,01-13,0	0,1-3,5	—	—
6	Сера	S	0,01-0,30	0,01-0,20	---	—	—	—
7	Фосфор	P	0,01-0,15	0,01-0,3	---	0,01-1,5	—	—
8	Молибден	Mo	0,01-0,55	0,01-0,5	---	—	—	—
9	Титан	Ti	0,01-1,0	—	0,01-0,35	—	—	—
10	Ванадий	V	0,01-1,9	—	---	—	—	—
11	Вольфрам	W	0,01-1,2	—	---	—	—	—
12	Медь	Cu	0,01-0,6	0,01-0,4	0,01-8,0	70,0-95,0	50,0-100,0	0,1-10,0
13	Алюминий	Al	0,01-2,0	0,01-2,0	0,01-100,0	—	0,01-7,0	0,001-0,2
14	Железо	Fe	OCH	OCH	1,2-1,7	0,01-1,5	—	—
15	Магний	Mg	—	—	0,01-2,0	—	0,01-4,0	—
16	Цинк	Zn	—	0,01-2,0	0,1-5,0	—	—	—
17	Олово	Sn	—	—	---	1,0-11,0	0,01-5,0	0,01-100,0
18	Свинец	Pb	—	—	---	0,01-11,0	0,01-3,0	0,01-100,0
19	Сурьма	Sb	—	—	---	—	—	0,01-17,0
20	Мышьяк	As	0,001 0,08	—	---	—	—	0,01-1,0
21	Кадмий	Cd	—	—	---	—	—	0,01-3,5

Область применения спектрометра GDS-400A и его назначение в нашей лаборатории - определение точного химического состава плавок литейного цеха при входном контроле металлопроката и деталей; заготовок при исследовании причин аварий по представленным образцам.

В спектрометре GDS-400A в качестве источника возбуждения используется лампа тлеющего разряда (лампа Гримма). В данном источнике материал пробы равномерно выбивается с поверхности ионами аргона, и затем он попадает в стабильную низкотемпературную плазму. Так как процессы поступления компонентов пробы и возбуждения спектров пространственно разделены, то результаты анализа практически не зависят от структуры материала, его металлургической предыстории. Температура газа в плазме низкая, поэтому спектральные линии получаются узкими, возбуждаются только линии с невысокой энергией возбуждения. Это приводит к повышению разрешающей способности и уменьшению наложений спектральных линий по сравнению с возбуждением в дуге или искре. При этом ана-

лиз и высоких, и низких концентраций элементов проводится по одной линии.

Проведенные нами работы подтверждают возможность использования спектрометра GDS-400A для анализа чугуна, углеродистой, среднелегированной, высоколегированной стали, сплавов на основе алюминия, олова, меди. При этом наилучшие результаты для сплавов на основе железа достигаются при напряжении для предварительного обжига 1200 В в течение 35 секунд, для основного обжига - 1200 В в течение 10 секунд. После каждого анализа лампа автоматически чистится в течение 2 секунд, что сокращает время на обслуживание прибора и на подготовку к следующему анализу. Все параметры разряда - напряжение, ток, вакуум - контролируются ЭВМ. Сенсорный экран упрощает работу оператора, а процесс рекалибровки сведен практически к простому анализу пробы. В приборе отсутствует эффект "памяти" при анализе образцов с различной матрицей. Нами были проанализированы образцы углеродистой высоколегированной стали и медных сплавов без дополнительной очист-

ки лампы, и результаты анализа образцов с различной матрицей при переходе из метода в метод не изменились. На спектрометре GDS-400A возможно определять в образце до 24 элементов

одновременно.

Из данных табл. 2 видно, что все полученные показатели удовлетворяют критериям сходимости и точности.

Таблица 2

Сравнительные результаты химического и спектрального анализов на GDS-400A стальных образцов

CO IARM 31A										
Аттест.элемент	C	Mn	Cr	Si	Ni	Mo	Ti	S	P	Cu
Аттест.значение	0,41	0,75	0,85	0,22	1,66	0,22	0,003	0,028	0,012	0,19
GDS-400A *	0,41138	0,77	0,85190	0,22189	1,6587	0,22215	0,00245	0,02802	0,01124	0,19185
Абсол.стат. отклонение	0,00011	0,00132	0,00054	0,00015	0,00531	0,00085	0,00001	0,00064	0,00004	0,00058
Относ.стат. отклонение, %	0,027	0,17	0,064	0,071	0,32	0,39	0,50	1,2	0,37	0,30
S 22 (шестигранник)										
Элемент	C	Mn	Cr	Si	Ni	Mo	Ti	S	P	Cu
Хим.анализ ЦБЛ	0,41324	0,67	0,92	0,28	0,13	0,02	-	0,02654	0,0128	0,16
GDS-400A *	0,41542	0,66961	0,92741	0,27857	0,14159	0,02011	0,00775	0,02661	0,01218	0,16283
Абсол.стат. отклонение	0,00542	0,00242	0,00022	0,00398	0,0008	0,00017	0,00013	0,00019	0,00014	0,00073
Относит.стат. отклонение, %	1,3	0,36	0,024	1,4	0,57	0,89	1,7	0,72	1,2	0,45
d 22(прокат)										
Элемент	C	Mn	Cr	Si	Ni	Mo	Ti	S	P	Cu
Хим. анализ ЦБЛ	0,10167	1,18	0,04	0,695	0,014	-	0,02	0,01694	0,009	0,03
GDS-400A *	0,10211	1,1744	0,04308	0,69125	0,01528	<0,0018	0,01697	0,01675	0,00856	0,02915
Абсол.стат. отклонение	0,00033	0,00098	0,0000	0,00278	0,00024	0,0000	0,00005	0,00000	0,00009	0,00013
Относит.стат. отклонение, %	0,33	0,084	0,0043	0,40	1,6	0,80	0,34	0,047	1,1	0,48
L 3-222 (литье)										
Элемент	C	Mn	Cr	Si	Ni	Mo	Ti	S	P	Cu
Хим.анализ ЦБЛ	0,32120	0,66	0,70	0,255	0,40	0,1	-	0,02963	0,028	0,17
GDS-400A *	0,31528	0,66047	0,69160	0,25819	0,39859	0,09991	0,00381	0,02940	0,02789	0,16967
Абсол.стат. отклонение	0,00004	0,00372	0,00377	0,00337	0,00382	0,00054	0,00007	0,00029	0,00043	0,00071
Относит.стат. отклонение, %	0,015	0,56	0,55	1,3	0,96	0,55	1,9	0,99	1,6	0,42

* Среднее арифметическое из двух определений.

Для получения более точных и достоверных результатов исследований особое внимание дол-

жно быть уделено пробоподготовке. При подготовке образцов к анализу мы пользуемся настоль-

ным отрезным станком СМ-15, который позволяет отрезать образцы от длинномерных заготовок и заготовок различной геометрической формы из различных материалов и сплавов. Отрезной станок СМ-15 снабжен системой охлаждения, что позволяет проводить резку в воде при заполненной рабочей камере. В станке предусмотрено устройство для смыва материала, образующегося при резке образца.

При дальнейшей обработке образцов мы применяем отечественный 2-шпиндельный шлифовально - полировальный станок с использованием шлифовальных кругов с клеевой поверхностью фирмы LECO с размером зерна 120 мкм на основе окиси кремния. При использовании же шлифовальной бумаги на основе оксида циркония были получены более точные результаты по кремнию, углероду, сере, фосфору.

Анализатор углерода и серы CS-400 служит для определения серы и углерода из одной навески в широком диапазоне концентраций в металлах, рудах, керамике и других неорганических материалах. В анализаторе используется индукционная печь, содержание углерода и серы измеряется методом инфракрасного поглощения. Ана-

лиз длится 40 секунд. В приборе имеются встроенные весы (номинальный вес пробы 1 грамм), в памяти ЭВМ сохраняется 500 результатов анализа, 100 значений масс навесок, в базе данных хранится 32000 результатов.

Контроль за системой обеспечивается встроенным IBM-совместимым компьютером, который обеспечивает возможность работы с базой данных, статистическую обработку результатов анализа, сохранение аналитических методов, автоматическое тестирование и диагностирование прибора, передачу данных на принтер и в компьютерную сеть.

В табл. 3 приведены результаты анализа содержания углерода и серы в государственных стандартных образцах (ГСО) на анализаторе CS-400. Критерием оценки результатов служит величина b - разница между полученным значением массовой доли углерода и серы и аттестованным - регламентируется ГОСТ 22536.1-88 и ГОСТ 225536.2-88 "Сталь углеродистая и чугун нелегированный. Методы анализа". Из приведенных результатов следует, что величина " b , %" соответствует требованиям ГОСТ 22536.1-88 и ГОСТ 22536.2-88.

Таблица 3

Результаты анализов стандартных образцов на CS-400

Индекс стандарт. образца	Аттест. значение С, %	CS-400 С, %	b , %	b , %, ГОСТ 22536. 1-88	Аттест. значение S, %	CS-400 S, %	b , %	b , %, ГОСТ 22536. 2-88
УНЛ-5	0,091	0,0915	0,0005	0,005	0,0056	0,00518	0,00042	0,0010
УНЛ-10	0,135	0,1348	0,0002	0,008	0,0213	0,02173	0,00043	0,003
УНЛ-14б	0,420	0,4215	0,0015	0,010	0,024	0,02418	0,00018	0,003
УНЛ-13	0,225	0,2230	0,0020	0,010	0,0248	0,02421	0,00059	0,003
УНЛ-14а	0,423	0,4227	0,0003	0,010	0,0230	0,02286	0,00014	0,003
УНЛ-15	0,382	0,3820	0,0000	0,010	0,0054	0,00526	0,00014	0,0010
У3а	0,181	0,1819	0,0009	0,008	0,024	0,02361	0,00039	0,003
У3Г	0,224	0,2230	0,0010	0,010	0,0187	0,01845	0,00025	0,0016
У4Г	0,482	0,4795	0,0025	0,010	0,192	0,19144	0,00056	0,006
У5В	0,587	0,5943	0,0073	0,015	0,037	0,03724	0,00024	0,003
У6а	0,802	0,8120	0,010	0,015	0,020	0,02103	0,00103	0,0016
У6Г	0,753	0,7593	0,0063	0,015	0,0195	0,01902	0,00048	0,0016
С13	0,437	0,4379	0,0009	0,010	0,032	0,03186	0,00014	0,003
У7Д	0,92	0,9113	0,0087	0,015	0,0105	0,01069	0,00019	0,006
У8Г	1,199	0,1890	0,010	0,03	0,025	0,02385	0,00115	0,003
С8б	0,734	0,7460	0,012	0,015	0,0255	0,02559	0,00009	0,003
Ч6в	3,14	3,120	0,020	0,051	0,0358	0,03564	0,00016	0,003
Ч6е	2,93	2,953	0,023	10,05	0,0370	0,03654	0,00046	0,003

В своей работе для определения твердости (Роквелл, Бринель, Виккерс) мы используем универсальный твердомер DT-751. Прибор прост в применении. При измерении изображение отпечатка проецируется на экран для измерения его диаметра. Замер диаметра отпечатка производится с помощью увеличивающей шкалы, подключенной к панели управления. Рассчитанное значение твердости выводится в цифровом виде на дисплей. Панель управления твердомера может управлять одновременно до 20 программами измерения, включая статистику. Оператор может в любое время переключаться с одной программы на другую, что позволяет измерять твердость малых сечений, тонких наружных слоев, тонко-

стенных изделий (например, тонкостенных труб).

Опыт работы центральной базовой лаборатории на приборах фирмы LECO показал, что они удобны и просты в обращении, надежны и точны. Поэтому для расширения возможностей лаборатории в области исследования образцов металла наше предприятие приобрело оборудование для металлографических исследований фирмы LECO: автоматический шлифовально-полировочный станок SS-2000, заливочный пресс PR-32, анализатор изображения IA-32 и металлографический микроскоп с автоматическим столиком PME-3. В настоящее время это оборудование находится в стадии освоения.

* * * * *

Таблица 1	№ п/п	Наименование	Единица измерения	Значение	Значение	Значение	Значение	Значение
1	1	Автоматический шлифовально-полировочный станок SS-2000	шт.	1	1	1	1	1
2	2	Заливочный пресс PR-32	шт.	1	1	1	1	1
3	3	Анализатор изображения IA-32	шт.	1	1	1	1	1
4	4	Металлографический микроскоп с автоматическим столиком PME-3	шт.	1	1	1	1	1
5	5	Общая сумма						
6	6	Итого						
7	7	Средняя стоимость						
8	8	Средняя стоимость						
9	9	Средняя стоимость						
10	10	Средняя стоимость						
11	11	Средняя стоимость						
12	12	Средняя стоимость						
13	13	Средняя стоимость						
14	14	Средняя стоимость						
15	15	Средняя стоимость						
16	16	Средняя стоимость						
17	17	Средняя стоимость						
18	18	Средняя стоимость						
19	19	Средняя стоимость						
20	20	Средняя стоимость						